

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-127638

(43)Date of publication of application : 19.05.1989

(51)Int.Cl.

C22C 19/03

C23C 14/14

(21)Application number : 62-284461

(71)Applicant : TOHOKU TOKUSHUKO KK

(22)Date of filing : 11.11.1987

(72)Inventor : SATO TAKENOBU

(54) MAGNETIC THIN FILM AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To manufacture a magnetic thin film having high saturated magnetic flux density and excellent thermal stability by using a target of Fe alloy contg. specific amounts of Ni, Nb and Ta, specifying the Ar pressure and film forming rate and sputtering it onto said target.

CONSTITUTION: The target is manufactured by the alloy having the compsn. consisting of, by weight, 75W82% Ni, 1W8% Nb or Ta or the mixture of Nb and Ta, 2% Mo and the balance consisting substantially of Fe with inevitable impurities. In the use of said target, the magnetic thin film is formed onto an insulator by the sputtering under the Ar pressure of 3mTorrW25mTorr at 100Å/min film forming rate. By this method, the magnetic thin film having high saturated magnetic flux density and good thermal stability whose permeability is not lowered to the range of the high-frequency can be obtd.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

⑫ 公開特許公報(A) 平1-127638

⑤ Int. Cl.⁴

C 22 C 19/03
C 23 C 14/14

識別記号

庁内整理番号

E-6813-4K
8722-4K

⑬ 公開 平成1年(1989)5月19日

審査請求 未請求 発明の数 3 (全6頁)

⑭ 発明の名称 磁性薄膜及びその製造方法

⑮ 特 願 昭62-284461

⑯ 出 願 昭62(1987)11月11日

⑰ 発 明 者 佐 藤 武 信 宮城県仙台市荒井字下在家東1-2

⑱ 出 願 人 東北特殊鋼株式会社 宮城県仙台市長町7丁目20番1号

⑲ 代 理 人 弁理士 武田 正彦 外2名

明 細 書

1. 発明の名称 磁性薄膜及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 重量比で、ニッケルが75乃至82%、ニオブ又はタンタル或はニオブとタンタルの混合物が1乃至8%、残余が実質的に鉄と不可避的不純物成分の組成よりなることを特徴とする高周波磁気特性に優れた磁性薄膜。

(2) 重量比で、ニッケルが75乃至82%、ニオブ又はタンタル或はニオブとタンタルの混合物が1乃至8%、モリブデンが2%以下、残余が実質的に鉄と不可避的不純物成分の組成よりなることを特徴とする高周波磁気特性に優れた磁性薄膜。

(3) 重量比で、ニッケルが75乃至82%、ニオブ及びタンタル或はニオブとタンタルの混合物が1乃至8%、モリブデンが2%以下、残余が実質的に鉄と不可避的不純物成分とする組成の合金をターゲットとし、3 Torr乃至25 Torrのアルゴン圧下で、100 Å/分以上の成膜速度のスパッタリング法により絶縁物上に成膜することを特

徴とする高周波磁気特性に優れた磁性薄膜の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(イ) 産業上の利用分野

本発明は、高周波磁気特性に優れた磁性薄膜に関し、特に、例えば、8 mm VTR、R-DAT及びHDD等の高密度記録用の薄膜磁気ヘッド、また、超高周波領域で使用される電子機器の磁心として利用される高周波磁気特性に優れた磁性薄膜に関する。

(ロ) 従来技術

高周波領域で使用される材料としては、現在フェライトが最も広く使用されている。しかし、フェライトは、飽和磁束密度が低く、高密度記録用としては不適當であり、また超高周波領域では透磁率が大幅に低下する。

そこで、高密度記録用の磁気ヘッドとして飽和磁束密度の高い磁性薄膜が嚮望され、ニッケル-鉄系合金、鉄-ケイ素-アルミニウム系合金及びコバルト系のアモルファス合金等の磁性薄膜が実用化されつつある。

(ハ) 発明が解決しようとする問題点

しかし、前記ニッケル-鉄系合金は、前記鉄-ケイ素-アルミニウム系合金及びコバルト系のアモルファス合金に比べて磁気特性が劣っている。

また、鉄-ケイ素-アルミニウム系合金は、最適な条件下では、優れた磁気特性を有する磁性薄膜を得ることができるが、再現法に問題がある。

また、コバルト系アモルファス合金は薄膜の状態では優れた特性を有するが、薄膜磁気ヘッドを製造する場合に、加熱過程で磁気特性が劣化するので問題がある。

さらに以上のいずれの材料もMHz以上の高周波領域では著しく透磁率が低下するという問題もある。

殊に、磁性薄膜でMHz以上の高周波領域まで高い透磁率を維持するには微視的な異方性分散を低減することが必要とされており、如何にしてこの様な磁氣的に均質な薄膜を作るかが問題であった。

これらの問題を解決するために現在精力的な研究が続けられているが、まだ成功には至っていない。

(Fe)と不可避の不純物の組成よりなる磁性薄膜が優れていることを見出したことに基づいている。

即ち、本発明は、重量比で、ニッケルが75乃至82%、ニオブ又はタンタル或はニオブとタンタルの混合物が1乃至8%、残余が実質的に鉄と不可避の不純物成分の組成よりなることを特徴とする高周波磁気特性に優れた磁性薄膜にあり、また、重量比で、ニッケルが75乃至82%、ニオブ又はタンタル或はニオブとタンタルの混合物が1乃至8%、モリブデンが2%以下、残余が実質的に鉄と不可避の不純物成分の組成よりなることを特徴とする高周波磁気特性に優れた磁性薄膜にある。また、本発明は、重量比で、ニッケルが75乃至82%、ニオブ及びタンタル或はニオブとタンタルの混合物が1乃至8%、モリブデンが2%以下、残余が実質的に鉄と不可避の不純物成分とする組成の合金をターゲットとし、3mTorr乃至25mTorrのアルゴン圧下で、100Å/分以上の成膜速度のスパッタリング法により絶縁物上に成膜することを特徴とする高周波磁気特性に

い。

本発明は、従来の薄膜ヘッド等の磁心材料における高周波領域での問題点を解消することを目的としている。

(二) 問題点を解決するための手段及び作用

本発明は、高飽和磁束密度を有し、高周波領域迄透磁率が低下せず、しかも熱安定性の良い磁性薄膜等の磁心材料を提供することを目的としている。

本発明は、高飽和磁束密度、熱安定性の見地より金属系の結晶質磁性薄膜について多くの実験を行い、殊に、75乃至82%ニッケル-鉄合金に各種元素を添加したターゲットを用いて成膜した薄膜について高周波の透磁率を調査したところ、ニオブ及びタンタル或はさらにモリブデンを添加した場合には、高周波迄高い透磁率を維持することを発見し、また、その結果重量比で、ニッケル(Ni)75乃至82%、ニオブ(Nb)及びタンタル(Ta)一種または二種の合計が1乃至8%、モリブデン(Mo)が2%以下、残余が実質的に鉄

優れる磁性薄膜の製造方法にある。

本発明において、ニッケルは75乃至82%含有される。ニッケルは75乃至82%の範囲で高い透磁率が得られるが、最も望ましい範囲は79乃至81%である。ニッケル量が少ない程飽和磁束密度は高くなるが透磁率は低下し、また82%以上となると飽和磁束密度、透磁率ともに低下するのでニッケルの範囲を75乃至82%とするのが好ましい。

本発明において、ニオブ又はタンタル或はニオブとタンタルは1乃至8%含有される。ニオブ及びタンタルは非常に性質の近い元素であり、本発明の場合にも同じ作用を有している。ニオブ及びタンタル量の増加とともに高周波領域の透磁率は高くなるが、5%附近で極大となりさらに増量すると透磁率の低下とともに飽和磁束密度も低下させるので上限を8%とするのが好ましく、また、1%以下では効果が小さいので下限を1%とするのが好ましい。

ニオブ、タンタル及びモリブデンはバルクのニ

BEST AVAILABLE COPY

ッケル-鉄合金の透磁率を高めるのに有効であることが知られているが、固有抵抗値はそれ程高くないので、例えば、ニオブ7%及びモリブデン1%を含有する、ニッケル-鉄-ニオブ-モリブデン合金(厚さ25 μ m)の場合、100KHzにおいては7000程度と高い透磁率を示すが、1MHzでは600程度に急激に減少する。

勿論、高周波における透磁率は厚さが薄くなる程減少の程度は少くなるので、薄膜化は有利なことであるが、これ迄のバルクのデータを薄膜迄延長しても、本発明のように高い透磁率には到達せず、また、現在研究中の磁性薄膜の中にも見受けられない。

以上のように高周波領域まで高い透磁率を維持する磁性薄膜を得ることは非常に困難で解決する手段も考えられていなかったが、本発明により、はじめてその実現が可能となった。

モリブデンは単独での効果はないが、ニオブ及び/又はタンタルと同時に添加した場合には、ニオブ及び/又はタンタルの効果さをさらに増加する

では必須成分とはしていないが、少量であれば添加することができる。

本発明における磁性薄膜は、アルゴンの圧力下にスパッタリング法により、適当な絶縁材料上に成膜させることにより作製される。

この場合、スパッタリングをアルゴンの圧力を3 $\times 10^{-3}$ Torr乃至25 $\times 10^{-3}$ Torr(3 $\times 10^{-3}$ Torr \sim 25 $\times 10^{-3}$ Torr)の範囲に維持して行くと磁気特性が優れた薄膜が得られるので好ましい。

本発明において、適当な絶縁物上に成膜された薄膜は、5 μ m以下の厚さのものであり、単一層又は、絶縁物を介して多重に積層されたものとすることができる。

(ホ)実施例

以下、添付図面及び表を参照して、本発明の実施の態様の例について説明するが、本発明は、これら説明及び例示により、何ら制限を受けるものではない。

以下実施例に基づいて詳細に説明する。

電解ニッケル、電解鉄、金属ニオブ、タンタル

作用がある。しかし、多量に添加すると飽和磁束密度を低下させるので2%以下とするのが好ましい。

以上のように本発明の磁性薄膜は、重量比で、ニッケル75乃至82%、ニオブ及びタンタルの一種または二種の合計1乃至8%、好ましくは、さらにモリブデン2%以下、残余鉄と不可避的不純物とよりなる組成であるが、マンガン、ケイ素及びアルミニウム等の脱酸剤、或はクロム、タングステン及び銅等を少量添加することができる。

本発明を実施する場合、本発明の組成の合金ターゲットを用いて磁性薄膜を作る方が安定した薄膜が得易い。この合金ターゲットを真空溶解により溶製する場合には、ケイ素、アルミニウム、マンガン、チタン、カルシウム及びマグネシウム等の脱酸剤は、単独で0.5%以下、合計量で1%以下であれば使用することができる。また、本発明組成にさらにクロム、タングステン、銅及びヴァナジウムを少量添加すると透磁率を高める効果があるが、飽和磁束密度を低下させるので本発明

及び金属モリブデンを所定量配合し、真空中で、その3kgを溶解後、直径60 ϕ の金型に鑄込んだ。この鑄塊を熱間鍛造し、機械加工により厚さ3 ϕ 及び直径75 ϕ のターゲットを作製した。

このターゲットを用い、アルゴン圧2乃至30 $\times 10^{-3}$ Torr、成膜速度150 \AA /分乃至1000 \AA /分の条件下で、マグネトロン型RFスパッタ法により薄膜を作製した。その薄膜と組成との関係を表-1に示したが、従来使用されているニッケル-鉄-モリブデン-銅合金に比して、ニオブ及びタンタルの効果は顕著であり、さらにモリブデンを添加した場合には透磁率はより改善されていることがわかる。表-1の合金番号5の合金についてのアルゴン圧の影響は表-2に示した如く5 $\times 10^{-3}$ Torr乃至17 $\times 10^{-3}$ Torrの範囲で良好な特性が得られる。

(以下、余白)

表-1 (膜厚 0.5 μ m)

合金 番号	組成 (%)						透磁率	
	Ni	Fe	Nb	Ta	Mo	Cu	1 MHz	10MHz
1	80.75	14.50	2.95	0.05	-	-	3,900	3,800
2	80.10	13.00	4.80	0.04	-	-	6,200	5,900
3	80.05	12.30	6.57	0.07	-	-	5,100	4,400
4	79.94	10.90	7.10	0.03	-	-	4,300	3,800
5	80.04	13.05	4.95	0.05	0.95	-	7,500	6,500
6	79.90	10.85	7.10	0.08	1.48	-	5,800	5,100
7	75.88	13.95	-	-	4.04	5.53	750	710

また、表-1の合金番号5の合金についてのアルゴン圧8 μ Torrの場合における成膜速度と透磁率の関係を表-3に、膜厚と透磁率の関係を表-4に示した。

表-2乃至表-4は、表-1の合金番号5の合金についてのものであるが、他の合金番号の合金についても略同様の結果が得られる。

(以下、余白)

表-2 (膜厚 0.5 μ m)

アルゴン圧 (μ Torr)	抗磁力 H_c (Oe)	実効透磁率 μ_{eff}	
		1 MHz	10MHz
2	5.65	400	370
5	0.35	8,090	6,060
8	0.18	8,100	7,360
11	0.28	5,700	5,610
14	0.23	5,650	5,470
17	0.26	6,900	6,210
20	0.28	2,440	2,200

表-3 (膜厚 0.5 μ m)

成膜速度 ($\text{\AA}/\text{min}$)	抗磁力 H_c (Oe)	実効透磁率 μ_{eff}	
		1 MHz	10MHz
172	0.61	2,910	2,500
306	0.50	3,460	3,220
366	0.35	4,340	4,150
446	0.18	9,080	7,600
491	0.17	9,250	7,730
523	0.20	8,950	7,510
612	0.17	9,020	7,670
678	0.15	9,240	8,020

BEST AVAILABLE COPY

表-4

膜 厚 (μm)	抗磁力 H_c (Oe)	実効透磁率 μ_{eff}	
		1 MHz	10MHz
0.049	1.10	3,150	2,980
0.177	0.50	4,120	3,980
0.261	0.35	7,280	7,110
0.525	0.18	8,100	7,360
1.016	0.19	2,340	2,270

表-3の場合には成膜速度の増加とともに透磁率は増大しているが、最適な成膜速度はアルゴン圧によって異なるので、アルゴン圧に応じて電力を調整し、成膜速度を変える必要がある。

また、膜厚は0.4 μm 附近に透磁率の極大があるので実際に磁気ヘッド等に応用する場合には、この附近の膜厚に成膜し、必要な厚さに積層して使用することが望ましい。

第1図には、本発明に係る磁性薄膜の透磁率と周波数の関係が示されている。

本発明の磁性薄膜は、100KHzに於ける高い透磁率が13MHz迄殆ど低下せず、非常に優れた特性を有していることが明らかである。

以上説明に用いた実施例の特性は、成膜したままの状態についてであるが、これに焼鈍を施すことにより特性はさらに向上する。また本発明に係る磁性薄膜は結晶質であるので熱安定性に優れており、薄膜ヘッドの製造時に於ける加熱工程に於いても特性が劣化することはない。

(へ) 発明の効果

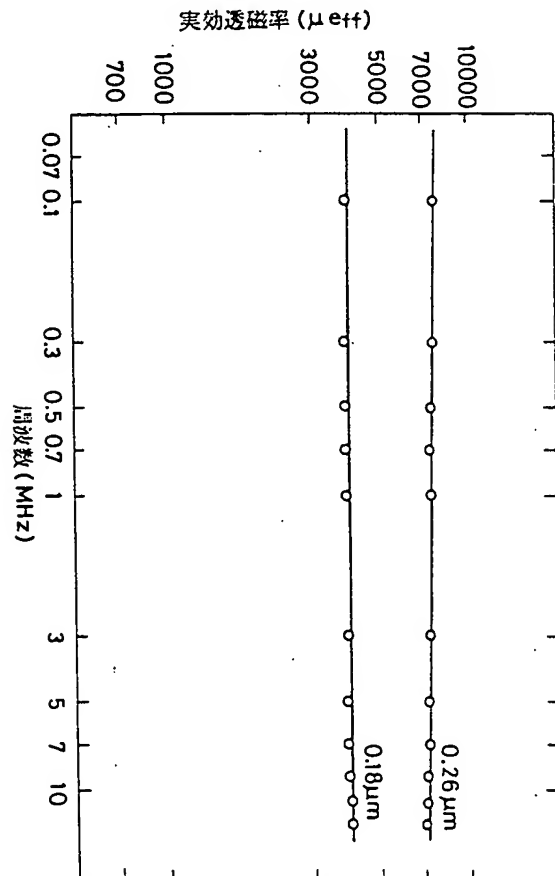
本発明に係る磁性薄膜は、高飽和磁束密度と優れた高周波特性を有し、しかも熱安定性にも優れている。

したがって、8 $\mu\text{m}/\text{VTR}$ 、R-DAT及びHDD等の高密度記録の薄膜ヘッド用として、また今後益々必要となって来る超高周波領域で使用される電子機器の磁心材料として非常に有用である。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明に係る磁性薄膜の透磁率と周波数の関係を示す図である。

第1図



代 理 人

弁理士 武 田 正 彦
弁理士 滝 口 昌 司
弁理士 中 里 浩 一

手続補正書

62.12.21

昭和 年 月 日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

昭和62年特許願第284461号

2. 発明の名称

磁性薄膜及びその製造方法

以上

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 東北特殊鋼株式会社

4. 代理人

住所 東京都千代田区内幸町1丁目1番1号

(インベリタター) 508-8050

氏名 (7508) 井理士 武田 正彦

5. 補正命令の日付

自発

6. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の概

7. 補正の内容

(1) 発明の詳細な説明を次のように補正する。

①明細書第4頁第13行目の「各種元素」

とあるのを「各種元素」と補正する。

②明細書第7頁第10行目の「薄膜造延」

とあるのを「薄膜造延」と補正する。

BEST AVAILABLE COPY